## 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

16.12.03

RECEIVED

PCT

06 FEB 2004

**WIPO** 

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2002年12月27日

出願番号 Application Number:

特願2002-381917

[ST. 10/C]:

[JP2002-381917]

出願人 Applicant(s):

TDK株式会社

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2004年 1月23日

今井康



【書類名】

特許願

【整理番号】

P-04667

【提出日】

平成14年12月27日

【あて先】

特許庁長官 殿

【国際特許分類】

H01F 10/16

【発明者】

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケ

イ株式会社内

【氏名】

崔 京九

【発明者】

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケ

イ株式会社内

【氏名】

村瀬 琢

【特許出願人】

【識別番号】

000003067

【氏名又は名称】

ティーディーケイ株式会社

【代理人】

【識別番号】

100100077

【弁理士】

【氏名又は名称】

大場 充

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

085823

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】

要

【書類名】

明細書

【発明の名称】

グラニュラー物質、磁性薄膜およびそれを用いた磁気素子

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスと、

前記マトリックス中に分散する平均粒径が50nm以下の強磁性金属粒子とを含むグラニュラー物質であって、

前記マトリックスの体積比が5~50%であることを特徴とするグラニュラー物質。

【請求項2】 前記強磁性金属粒子は、Fe、CoおよびNiの1種または2種以上を主体とする金属から構成されることを特徴とする請求項1に記載のグラニュラー物質。

【請求項3】 前記マトリックスは、有機ポリマーから構成されることを特徴とする請求項1または2に記載のグラニュラー物質。

【請求項4】 前記グラニュラー物質は膜状の形態を有し、 $1\,\mathrm{GH}\,z$ における複素透磁率の実数部( $\mu$ ')が $5\,\mathrm{0}\,\mathrm{U}$ 上で、かつ性能指数 Q( $\mathrm{Q}=\mu$ '/ $\mu$ ",  $\mu$ ": 複素透磁率の虚数部)が $5\,\mathrm{U}$ 上、飽和磁化が $6\,\mathrm{k}\,\mathrm{G}\,\mathrm{U}$ 上の特性を有することを特徴とする請求項 $1\sim3\,\mathrm{O}$ いずれかに記載のグラニュラー物質。

【請求項5】 異方性磁界が300e以上、電気抵抗率が100μΩcm以上の特性を有することを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載のグラニュラー物質。

【請求項6】 面内磁気異方性を有する膜厚が300~2000nmの磁性 薄膜であって、

前記磁性薄膜は、

Fe、Co およびNi の1 種または2 種以上を主体とする平均粒径が $5\sim15$  nm の強磁性金属粒子と有機ポリマーとの混合物からなり、

前記混合物中において前記強磁性金属粒子が互いに交換結合が働く距離だけ離 間して存在することを特徴とする磁性薄膜。

【請求項7】 高周波用磁性薄膜を有する磁気素子であって、 前記高周波用磁性薄膜は、 非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスと、

前記マトリックス中に分散する平均粒径が50nm以下の強磁性金属粒子とを 含み、

前記マトリックスの体積比が5~50%であるグラニュラー物質から構成され ることを特徴とする磁気素子。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

## 【発明の属する技術分野】

本願発明は、非磁性絶縁有機物に強磁性金属微粒子を分散させたグラニュラー 物質であって、特に、高い飽和磁化とGHz帯域で高い透磁率を示す磁性薄膜に 関するものである。

[0002]

## 【従来の技術】

磁気素子の小型化、高性能化に伴い、高い飽和磁化を有し、かつGHzの高周 波数帯域における透磁率が高い磁性薄膜材料が求められている。

例えば、ワイヤレス送受信装置や携帯情報端末を中心に需要が高まっているモ ノリシックマイクロ波集積回路(MMIC)は、Si、GaAs、InPなどの 半導体基板上に、トランジスタなどの能動素子と、線路、抵抗、キャパシタ、イ ンダクタなどの受動素子とを、一括的かつ一体的に作製して構成される高周波集 積回路である。

## [0003]

このようなMMICにおいては、受動素子、特にインダクタやキャパシタが能 動素子に比べ、大きな面積を占めている。このような受動素子の大面積の占有は 、結果として、高価な半導体基板の大量消費、すなわち、MMICのコストアッ プにつながる。従って、チップ面積を縮小し、MMICの製造コストを低減する ために、受動素子が占める面積を縮小することが課題となっている。

## [0004]

MM I Cのインダクティブ素子としては平面型のスパイラルコイルが多く用い られている。そのスパイラルコイルの上下面、或いは片面に軟磁性薄膜を挿入し

、インダクタンスを増加させる方法(換言すれば、小さな占有面積でも従来のインダクタンスが得られる方法)がすでに提案されている(例えば、J. Appl. Phy s. 85,7919(1999))。

しかしながら、磁性材料をMMICのインダクティブ素子へ応用するためには、先ず、GHzの高周波数帯域における透磁率が高く、かつ損失が少ない薄膜磁性材料を開発することが求められている。さらには電気抵抗率が大きいことも求められている。

### [0005]

従来、高い飽和磁化を持つ磁性材料としてFeあるいはFeを主成分とする微結晶または非結晶質合金が良く知られている。ところが、Fe系合金の磁性膜をスパッタなどの成膜技術により作製すると、その膜の飽和磁化は高いものの、保磁力が大きく、また、電気抵抗率が小さくなってしまい良好な高周波特性を得ることは困難であった。

#### [0006]

軟磁気特性が優れている材料として、C o 系非結晶質合金が知られている。このC o 系非結晶質合金は、C o を主成分としY, T i, Z r, H f, N b, T a などから選択される 1 種または 2 種以上の元素を含む非結晶質を主体とするものである。ところがゼロ磁歪組成のC o 系非結晶質合金の磁性膜をスパッタなどの成膜技術により作製すると、その膜の透磁率は大きいものの、飽和磁化が 1 1 k G (1 1 T) 程度であり、F e 系に比べて小さい。さらに、1 0 0 M H z 程度の周波数およびこれを超えてから損失成分(複素透磁率の虚数部  $\mu$ ")が大きくなり、性能指数 Q 値が 1 以下となり、G H Z の高周波帯域で使用する磁性材料としては好適とは言えない。

## [0007]

このような実情のもとに軟磁性薄膜の高周波特性を改良するために種々の提案がなされてきた。その改良の基本方針としては、渦電流損失を抑制させ、あるいは共鳴周波数を上昇させることなどが挙げられる。渦電流損失を抑制させる具体的な方策としては、グラニュラー薄膜の利用が提案されている(例えば、J. App l. Phys. 79, 5130 (1996))。

### [0008]

グラニュラー構造の薄膜について言及すれば、非磁性物質からなる媒質中に微細な強磁性粒子が分散した構造を有しており、非磁性金属—強磁性金属系および 非磁性絶縁物—強磁性金属系が開発されている。

非磁性金属一強磁性金属系は、磁気抵抗効果を利用した磁気ヘッド材料(例えば、特許第2701743号公報)としての応用が可能である。一方、非磁性絶縁物一強磁性金属系の場合は、非磁性絶縁物の含有量によって磁気ヘッド材料(例えば、特許第3075332号公報)、高周波用インダクタ材料(例えば、J. Ceram. Soc. Japan, 110(5), 432(2002))、または、高周波用電波吸収材料(特開2001—210518号公報、特開2002—158486号公報)としての応用が可能である。

また、従来の磁気記録媒体分野においては、有機材料と強磁性体からなる複合薄膜(例えば、特開昭 6 1 - 1 7 8 7 3 1 号公報,特公平 3 - 7 7 5 7 5 号公報)が開発されているものの、磁気記録媒体への応用に最適化されているため、保磁力が数1000eと大きく、高透磁率を必要とする製品には応用できなった。

### [0009]

## 【特許文献1】

特許第2701743号公報

【特許文献2】

特許第3075332号公報

【特許文献3】

特開2001-210518号公報

【特許文献4】

特開2002-158486号公報

【特許文献5】

特開昭61-178731号公報

【特許文献6】

特公平3-77575号公報

【非特許文献1】

J. Appl. Phys. 85, 7919 (1999)

### 【非特許文献2】

J. Appl. Phys. 79, 5130 (1996)

#### 【非特許文献3】

J. Ceram. Soc. Japan, 110 (5), 432 (2002)

#### [0010]

## 【発明が解決しようとする課題】

従来、非磁性絶縁物一強磁性金属系グラニュラー薄膜は、セラミックスの非磁性絶縁物(酸化物、窒化物、フッ化物)と強磁性金属をスパッタ方法などで同時に成膜することで得られている。しかし、従来のグラニュラー薄膜においては、成膜中に強磁性金属微粒子の表面が絶縁物と反応し、磁気特性が劣化するために所望の磁気特性を得ることができないことがあった。また、このような薄膜は構成材料である無機材料が硬質で柔軟性に欠けているためフレキシブルな磁気素子への応用が困難であった。

#### [0011]

このような実状のもとに本願発明は創案されたものであり、その目的は、GH z 帯域の高周波領域で高い透磁率を有し、かつ高い飽和磁化を有する高周波用磁性薄膜として用いることのできるグラニュラー物質および磁性薄膜の提供を目的とする。また、本願発明は、そのような磁性薄膜を用いた磁気素子を提供することを目的とする。

## [0012]

## 【課題を解決するための手段】

かかる目的のもと、本願発明では、非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスと、マトリックス中に分散する平均粒径が50nm以下の強磁性金属粒子とを含むグラニュラー物質であって、マトリックスの体積比が5~50体積%であることを特徴とするグラニュラー物質を提供する。

## [0013]

本願発明のグラニュラー物質において、強磁性金属粒子は、Fe、CoおよびNiの1種または2種以上を主体とする合金から構成されることが望ましい。ま

た本願発明のグラニュラー物質において、マトリックスは、有機ポリマーから構 成されることが望ましい。

#### [0014]

本願発明のグラニュラー物質は、典型的には膜状の形態を有する。そしてその場合、 $1\,\mathrm{GHz}$ における複素透磁率の実数部( $\mu$ ')が $5\,\mathrm{0\, UL}$ で、かつ性能指数Q( $Q=\mu$ '/ $\mu$ ", $\mu$ ":複素透磁率の虚数部)が $5\,\mathrm{UL}$ 、飽和磁化が $6\,\mathrm{k\, G}$ (0.  $6\,\mathrm{T}$ )以上の特性を有することができる。また、本願発明のグラニュラー物質は、異方性磁界が $3\,\mathrm{0\, Oe}$ ( $2\,3\,8\,7$ .  $3\,2\,\mathrm{A/m}$ )以上、電気抵抗率が $1\,\mathrm{0\, 0\, \mu\, \Omega\, c\, mUL}$ の特性を有することができる。

#### [0015]

また本願発明によれば、面内磁気異方性を有する膜厚が300~2000 nm の磁性薄膜であって、Fe、CoおよびNiの1種または2種以上を主体とする平均粒径が5~15 nmの強磁性金属粒子と有機ポリマーとの混合物からなり、この混合物中において強磁性金属粒子が互いに交換結合が働く距離だけ離間して存在することを特徴とする磁性薄膜が提供される。

#### [0016]

さらに本願発明によれば、高周波用磁性薄膜を有する磁気素子であって、この高周波用磁性薄膜は、非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスと、マトリックス中に分散する平均粒径が50nm以下の強磁性金属粒子とを含み、マトリックスの体積比が5~50%であるグラニュラー物質から構成されることを特徴とする磁気素子が提供される。

#### [0017]

### 【発明の実施の形態】

以下、添付図面に示す実施の形態に基づいてこの発明を詳細に説明する。

図1は、本実施の形態におけるグラニュラー物質1の構造を模式的に示す図である。グラニュラー物質1は、強磁性金属粒子2が非磁性絶縁有機物材料から構成されるマトリックス3に分散された構造を有している。このような構造を有しているグラニュラー物質1は、典型的には薄膜として実用される。そしてこの薄膜は、軟磁気特性を有していること、および優れた高周波特性を有していること

が本発明の目的を達成する上で重要である。

軟磁気特性を得るために、強磁性金属粒子2は、平均粒径が50nm以下になっており各強磁性金属粒子2のスピンがランダムな向きをしていること、さらに 強磁性金属粒子2同士の距離が交換結合が働く程度の距離になっていることが重 要である。

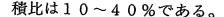
Fe、CoおよびNiの1種または2種以上を主体とする金属を採用することにより、グラニュラー物質1の保磁力および飽和磁化を調整することができる。具体的には、純Fe、純Co、純Niのほか、FeCo合金、FeNi合金、CoNi合金、FeCoNi合金を用いることができる。また、本願発明の目的を害さない範囲で、Fe、CoおよびNi以外の金属元素または非金属元素を含有することを許容する。

#### [0018]

ここで、強磁性金属粒子2の粒径が100nm以下の範囲において、保磁力は 強磁性金属粒子2の粒径の6乗に比例する。つまり、強磁性金属粒子2の粒径を 小さくすることにより、保磁力を低い値に規制することができる。そこで本願発 明のグラニュラー物質1は、強磁性金属粒子2の平均粒径を50nm以下に規制 する。望ましい強磁性金属粒子2の平均粒径は30nm以下、さらに望ましい強 磁性金属粒子2の平均粒径は30nm以下、さらに望ましい強

## [0019]

軟磁気特性を得るために、強磁性金属粒子2同士の距離が交換結合が働く程度の距離になっていることが重要であることは上述の通りである。本願発明では、強磁性金属粒子2同士の距離を、マトリックス3の体積比で調整することができる。マトリックス3の体積比が50%を超えると強磁性金属粒子2同士の距離が離れすぎて強磁性金属粒子2間の交換結合力が失われてしまう。そこで、本願発明では、非磁性絶縁有機物材料から構成されるマトリックス3の体積比を50%以下とする。一方、マトリックス3の量が少ないと、後述する方法で得られたグラニュラー物質1において強磁性金属粒子2の粒径を小さくすることができなくなる。強磁性金属粒子2の平均粒径を本願発明の範囲とするためには、マトリックス3の体積比を5%以上とすることが望ましい。望ましいマトリックス3の体



マトリックス3を構成する非磁性絶縁有機物材料としては、公知の有機ポリマ ーを用いることができる。有機ポリマーとしては、合成樹脂重合体の他、これら の重合体を重合により生成する重合性のモノマー、オリゴマーを含む。例えば、 ゚ヒドロキシエチルアクリレート、ヘキサンジオールジアクリレート、ネオペンケ ルグリコールジアクリレート、メチルー $\alpha$ ークロロアクリレート、トリメチロー ルプロパントアクリレート、ジペンタオールヘキサアクリレート、トリメチロー ルプロパントリジエチレングリコールアクリレート、ウレタンアクリレートなど のアクリル系モノマー或いはオリゴマーなど紫外線、電子線硬化型樹脂、或いは ポリテトラフロロエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、 ポリパラキシレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリスチレン、トリフロロ クロロエチレン、アリルトリフロロアセチレン、アジピン酸ーヘキサメチレンジ アミンオリゴマー、シリコーン油を用いることができる。有機ポリマーに代表さ れる非磁性絶縁有機物材料によってマトリックス3を構成することにより、本願 発明のグラニュラー物質1は、無機材料をマトリックスとする従来のグラニュラ -物質に比べて柔軟性に富み、機械的な応力が付与された場合でも割れ、欠け等 の破損が生じにくいという対応力性に優れることになる。

#### [0020]

本願発明によるグラニュラー物質1の典型的な形態として薄膜が掲げられることは上述の通りである。この薄膜は良好な高周波特性を有することが可能である。グラニュラー物質1が上述したような軟磁気特性を有すること、後述する方法によって得た薄膜は面内磁気異方性を付与することができることに加えて、マトリックス3を非磁性絶縁有機物材料から構成することにより高電気抵抗を実現して渦電流損失を軽減できるためである。良好な高周波特性を得ることを前提とすると、当該グラニュラー物質1の電気抵抗にもよるが、その厚さを300~200nmの範囲とすることが望ましい。

#### [0021]

本願発明によるグラニュラー物質 1 を用いた薄膜は、1 G H z における複素透磁率の実数部( $\mu$ ')を 5 0 以上、望ましくは 1 0 0 以上、さらに望ましくは 2

0.0以上とすることができる。そして、この薄膜の性能指数  $Q(Q=\mu^*/\mu^*)$ )を5以上、望ましくは1.0以上、さらに望ましくは2.0以上とすることができる。なお、本発明において、これら特性は成膜したままの状態で得ることができる。つまり、成膜完了からの経過時間を問わないが、成膜後に例えば熱処理等の処理を加えていない状態で測定した値によって本発明で規定する特性を具備するか否かの判断を行うことができる。ただし、成膜後に熱処理等の処理を加えた場合であっても、本発明で規定する特性を具備するものは本発明の範囲に含まれることは言うまでもない。以下も同様である。

また本願発明によるグラニュラー物質 1 を用いた薄膜は、飽和磁化が 6 k G ( 0 . 6 T ) 以上、望ましくは 1 0 k G ( 1 . 0 T ) 以上、さらに望ましくは 1 5 k G ( 1 . 5 T ) 以上とすることができる。

さらに本願発明によるグラニュラー物質1を用いた薄膜は、異方性磁界を30Oe(2387.32A/m)以上、望ましくは50Oe(3978.87A/m)以上、さらに望ましくは70Oe(5570.42A/m)以上の特性を得ることができる。

さらにまた本願発明によるグラニュラー物質 1 を用いた薄膜は、電気抵抗率を 1 0 0  $\mu$   $\Omega$  c m以上、望ましくは 1 5 0  $\mu$   $\Omega$  c m以上、さらに望ましくは 2 0 0  $\mu$   $\Omega$  c m以上とすることができる。

### [0022]

次に、本願発明によるグラニュラー薄膜の製造に好適な方法について説明する 。

本願発明のグラニュラー薄膜は、マトリックス3を構成する非磁性絶縁有機物材料と強磁性金属粒子2とを、同じ系内で同時に成膜処理することにより得ることができる。

非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックス3の形成には従来公知の薄膜形成プロセスを適用することができる。例えば、蒸着重合法、プラズマ重合法、スパッタリング法およびレーザアプケーション法を適用することができる。蒸着重合法は、ポリマーを構成するモノマーを各々加熱して蒸発させ、所定の基板上にポリマーを蒸着重合させる方法である。プラズマ重合は、モノマーをガス化してプ

ページ: 10/

ラズマ放電により重合させる方法である。スパッタリング法は板状の非磁性絶縁 有機物材料(例えばポリマー)をターゲット材としてスパッタリングにより薄膜 を形成する方法である。非磁性絶縁有機物材料にレーザ光を照射してアブレーションを生じさせて基板上に当該非磁性絶縁有機物材料を成膜する方法である。なお、アブレーションとは、局所的に発生する高温プラズマ状態からターゲット物質が飛散する現象をいう。

強磁性金属粒子2の形成についても従来公知の薄膜形成プロセスを適用することができる。例えば、PVD (Physical Vapor Deposition:物理的蒸着法)、CVD (Chemical Vapor Deposition:化学的蒸着法)、スパッタリングおよびレーザアブレーション法を適用することができる。

#### [0023]

非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックス3、強磁性金属粒子2の各々については、上述の成膜形成プロセスを適用するが、本願発明では各々のプロセスを同時に行うことにより、上述のようなグラニュラー薄膜を形成する。その例を図2および図3に基づいて説明する。

図2は、本願発明によるグラニュラー薄膜を形成するための装置の構成概要を示している。この装置は、非磁性絶縁有機物材料から構成されるマトリックス3 は蒸着重合により得、強磁性金属粒子2はスパッタリングにより得ることができるものである。

## [0024]

図2において、グラニュラー薄膜形成装置は、円筒状の真空容器10内の下部に有機物蒸発用セル11および12を備えている。有機物蒸発用セル11および12は、上部が開口したカップ状の形状をしており、薄膜形成時にはこの有機物蒸発用セル11および12内に重合原料であるモノマーが収容される。有機物蒸発用セル11および12には、収容されたモノマーを所定の蒸発温度まで加熱するヒータ(図示せず)を付設している。

有機物蒸発用セル11、12の上部にはシャッタ13、14が各々配設されている。このシャッタ13、14は、有機物蒸発用セル11、12の開口部を覆う位置(閉じる)と開放する位置(開く)との間を往復動する。図2は、シャッタ

13、14を閉じた状態を示している。有機物蒸発用セル11、12内に収容さ れたモノマーが蒸発しているときに、その蒸発物を飛散させたくない場合にはシ ヤッタ13、14を閉じ、飛散させたいときにはシャッタ13、14を開く。

#### [0025]

有機物蒸発用セル11、12内の間には、ターゲット載置台15が配設されて おり、このターゲット載置台15上にターゲット16が載置される。このターゲ ット16は、強磁性金属粒子2を形成するためのものである。ターゲット16に DC/RF電極17から所定の電圧を印加することにより、ターゲット16に対 して高速でイオンを衝突させる。高速でイオンが衝突したターゲット16の表面 からターゲット16を構成する元素の分子または原子がたたき出される。ターゲ ット16は、強磁性金属粒子2と実質的に同一組成の合金ターゲット、強磁性金 属粒子2を構成する元素からなる単一組成ターゲット、単一組成ターゲットの組 み合わせ、単一組成ターゲットと合金ターゲットとの組み合わせ等種々の形態を 適用することができる。ターゲット載置台15(ターゲット16)の上部にはシ ャッタ18が配設されている。シャッタ18の動作はシャッタ13(14)と同 様である。

#### [0026]

真空容器10の上部には、基板19、基板19を所定の温度に加熱するヒータ 20が配設されている。基板19の図中下面側が膜形成面である。つまり、有機 物蒸発用セル11、12内から蒸発したモノマーは基板19の膜形成面に堆積し つつポリマーに重合される、かつターゲット16からたたき出された金属原子が 基板19の膜形成面に堆積する。モノマーの蒸発およびスパッタリングを同時に 行うことにより、ポリマーをマトリックス3とし、このマトリックス3中に分散 する微細な強磁性金属粒子2とを含むグラニュラー薄膜を形成することができる

## [0027]

図3は、非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックス3および強磁性金属粒子 2ともにスパッタリングにより得ることのできる薄膜形成装置の構成概要を示し ている。

図3の薄膜形成装置は、円筒状の真空容器30内の下部にターゲット載置台31、32上には各々ターゲット33、34が載置される。2つのターゲット33、34のうち、一方が非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックス3、他方が強磁性金属粒子2を形成するためのものである。このターゲット33、34に対してDC/RF電極35、36から所定の電圧を印加することにより、ターゲット33、34に対して高速でイオンを衝突させる。高速でイオンが衝突したターゲット33、34の表面からターゲット33、34を構成する元素の分子または原子がたたき出される。マトリックス3形成用のターゲット33(34)は、例えば板状に形成されたポリマーからなる形態、粉状のポリマーを板状基板上に圧延展開させた形態等制限はない。強磁性金属粒子2形成用のターゲット33(34)は、前述した通りである。なお、シャッタ37、38は、上述したシャッタ13、14と同様に機能する。

### [0028]

図3の薄膜形成装置において、シャッタ37、38を開けた状態でターゲット33,34に所定の電圧を印加することによりマトリックス3を形成する非磁性 絶縁有機物材料がスパッタリングされると同時に強磁性金属粒子2を形成する強 磁性金属がスパッタリングされる。スパッタリングされた非磁性絶縁有機物材料 および強磁性金属が、ヒータ40により所定温度に加熱された基板39の薄膜形成面に堆積されることにより、薄膜状のグラニュラー物質1を形成する。

## [0029]

本願発明のグラニュラー薄膜は、モノリシックマイクロ波集積回路(MMIC)のような半導体プロセスで製作される高周波集積回路に最適な材料である。したがって、本願発明のグラニュラー薄膜が形成される基板としては、Si、GaAs、InP、SiGeなどの半導体基板が例示できる。また、本願発明のグラニュラー薄膜は様々なセラミックス材料や樹脂基板上に成膜することも可能である。

MMIC用インダクティブ素子として応用した例を図4および図5に示す。図4はインダクタの導体層部分を抜き出した平面図を模式的に示したものであり、

図5は図4のA-A矢視断面を模式的に示した図面である。

#### [0030]

これらの図面で示しているインダクタ110は、図5に示されるように基板111と、この基板111の上に必要に応じて形成される酸化絶縁膜112と、この酸化絶縁膜112の上に形成された本願発明によるグラニュラー薄膜101aと、このグラニュラー薄膜101aの上に形成された絶縁膜113を備え、さらにこの絶縁膜113の上に形成されたスパイラルコイル114と、このスパイラルコイル114と絶縁膜113を覆うように形成された絶縁膜115と、この絶縁膜115の上に形成された本願発明によるグラニュラー薄膜101bとを有している。

また、スパイラルコイル114は、図4に示されるように、配線116を介して一対の電極117に接続されている。そして、スパイラルコイル114を囲むように設けられたグラウンドパターン119は、それぞれ一対のグラウンド電極118に接続され、グラウンドーシグナルーグラウンド (G-S-G) タイプのプローブにより、ウェハ上で周波数特性を評価する形状を有する。

#### [0031]

本実施の形状にかかるMMIC用インダクティブ素子(インダクタ110)においては、磁芯となるグラニュラー薄膜101a、101bによってスパイラルコイル114が挟み込まれた有芯構造を採用しているため、スパイラルコイル114が同じ形状でありながらもグラニュラー薄膜101a、101bが形成されていない空芯構造のインダクティブ素子に比べ、インダクタンス値が約50%向上される。したがって、同じインダクタンス値を得るために必要なスパイラルコイル114の占有面積は小さくてもよいことになり、その結果としてスパイラルコイル114の小型化が実現される。

#### [0032]

ところで、MMIC用インダクティブ素子に適用するグラニュラー薄膜の材料としては、GHz帯域の高周波数で高透磁率、かつ高い性能指数Q(低損失)特性を持つことや、半導体製造プロセスによる集積化が可能であることが求められる。

GHz帯域の高周波数における高透磁率を実現するためには、共鳴周波数が高く、かつ飽和磁化が大きい材質が有利であり、一軸磁気異方性の制御が必要である。また、高い性能指数Qを得るためには、高抵抗化による渦電流損失の抑制が重要である。さらに、集積化プロセスに適用するためには、室温で成膜でき、成膜ままの状態で使用できることが望ましい。すでにセッティングされている他のオンチップコンポーネントの性能および作成プロセスに影響を及ぼさないようにするためである。

#### [0033]

以下本願発明を具体的な実施例に基づいて説明する。

#### <実施例1>

図2に示す薄膜形成装置を用いてグラニュラー薄膜の形成を行った。

非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスとしてポリイミドを形成するため、原料モノマーとして、無水ピロメリト酸(以下、PMDA)と、4,4'一ジアミノジフェニルメタン(以下、ODA)を用いた。なお、PMDAを有機物蒸発用セル11に、またODAを有機物蒸発用セル12に収容した。

また、強磁性金属としては $Fe_{69}Co_{31}$ (at %)合金を採用した。そのために $Fe_{69}Co_{31}$ (at %)合金ターゲットを作成し、このターゲット16 をターゲット載置台15上に配置した。

グラニュラー薄膜を形成する基板19としては、Si(100)ウェハの上に $SiO_2$ を500nmの厚さに成膜した基板19を用いた。なお、 $SiO_2$ 膜が形成された面が薄膜形成面となる。

## [0034]

先ず、真空容器  $10 \times 8 \times 10^{-5}$  Paまで予備排気後、真空容器 10 内の圧力が 0.2 PaになるようにArガスを流入した。シャッタ 18 を閉じた状態で、DC/RF電極 17 を介して 200 WのDCパワーをFe 69 Co 31 (at%) 合金からなるターゲット 16 に印加してスパッタリングを行った。同様にシャッタ 13、14 を閉じた状態で、PMDAが収容された有機物蒸発用セル 11 を 130  $\mathbb C$ 、ODAが収容された有機物蒸発用セル 12 を 120  $\mathbb C$  になるように加熱した。基板 19 の周囲には一対の永久磁石を配置し、基板 19 の中心に 100 Oe

ページ: 15/

以上の磁界を印加し、基板19の温度を150℃に保持した。

#### [0035]

所定時間経過後にシャッタ13,14および18を同時に開くことでPMDA、ODAの蒸発物およびターゲット16から放出されたスパッタリング粒子が基板19に向けて進行する。なお、強磁性金属粒子を構成する $Fe_{69}Co_{31}$ は、単層膜を形成したとするときの成膜速度が1.2 nm(12Å)/secとなるようにスパッタリングした。また、PMDA、ODAについては、ポリイミドの単層膜を形成したとするときの成膜速度が0.3 nm(3Å)/secとなるように有機物蒸発用セル11、12の加熱温度等を制御した。この条件下で、グラニュラー薄膜の厚さが450 nmになるように5分間成膜を行った。

#### [0036]

得られたグラニュラー薄膜は、成膜速度から換算すると強磁性金属粒子の体積 比は80%、マトリックスの体積比は20%である。また、X線回折パターンか らは平均粒径7nmのbcc構造の微細な強磁性金属粒子が形成されていること を確認した。

得られたグラニュラー薄膜について磁気的な特性を測定したところ、面内一軸磁気異方性が観察された。また、飽和磁化として $13.3 \, \mathrm{k}\, \mathrm{G}\, (1.33 \, \mathrm{T})$ 、保磁力として $3.5 \, \mathrm{Oe}\, (278.5 \, \mathrm{A/m})$ 、異方性磁界として $75 \, \mathrm{Oe}\, (5968.3 \, \mathrm{A/m})$ の値が得られた。共鳴周波数は測定限界の $2 \, \mathrm{GHz}$ を超えており、 $\mathrm{GHz}$ 領域で透磁率の実数部( $\mu$ ')が $200 \, \mathrm{UL}$ 、性能指数Q( $\mathrm{Q=}\mu$   $^{\prime}/\mu$ ")は $1 \, \mathrm{GHz}$ で $25 \, \mathrm{Om}$ が得られた。また、電気抵抗率は $260 \, \mu \, \Omega \, \mathrm{Cm}$  mであった。

#### [0037]

#### <実施例2>

強磁性金属をFeに変えた以外は実施例1と同様にしてグラニュラー薄膜を得た。実施例1と同様に磁気的特性を測定したところ、飽和磁化として12.1k G(1.21T)、保磁力として4.0Oe(318.3A/m)、異方性磁界として70Oe(55704.2A/m)の値が得られた。共鳴周波数は測定限界の2GHzを超えており、GHz領域で透磁率の実数部( $\mu$ ')が200以上

ページ: 16/

、性能指数Q(Q= $\mu$ '/ $\mu$ ")は1GHzでは23の値が得られた。また、電気抵抗率は250 $\mu$ Ωcmであった。

### [0038]

## <実施例3>

モノマーとして、4, 4, -ジフェニルメタンジイソシアナートをベンゼンテトラカルボン酸二無水物を使用し、4, 4, -ジフェニルメタンジイソシアナートを投入した有機物蒸発用セル11を70℃、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物を投入した有機物蒸発用セル12を140℃になるように加熱し、基板19を加熱しない以外は、実施例1と同様にしてグラニュラー薄膜を作成した。なお、4, 4, -ジフェニルメタンジイソシアナートおよびベンゼンテトラカルボン酸二無水物については、ポリイミドの単層膜を形成したとするときの成膜速度が0. 125 nm/sec (1. 25 Å/sec)となるように有機物蒸発用セル11、12の加熱温度等を制御した。

## [0039]

得られたグラニュラー薄膜における強磁性金属粒子の体積比は90%、マトリックスの体積比は10%である。 X線回折パターンからは平均粒径10 n m の b c c 構造の微細な強磁性金属粒子が形成されていることを確認した。得られたグラニュラー薄膜では面内一軸磁気異方性が観察されており、飽和磁化として17. 5 k G (1.75 T)、保磁力として2.5 O e (198.9 A/m)、異方性磁界として70 O e (55704.2 A/m)の値が得られた。共鳴周波数は測定限界の2 G H z を超えており、G H z 領域で透磁率の実数部( $\mu$ ')が25 O以上、性能指数Q  $(Q=\mu^*/\mu^*)$  は1 G H z では18 の値が得られた。また、電気抵抗率は110  $\mu$   $\Omega$  c m であった。

## [0040]

## <実施例4>

図3に示す薄膜形成装置を用いてグラニュラー薄膜の形成を行った。

非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックスとして四フッ化エチレン(商品名:テフロン、以下PTFE)を用いた。そのためのターゲットして直径100mm、厚さ2mmのPTFE板を用意した。強磁性金属は実施例1と同様であり、

FeCo合金ターゲットを用意した。PTFEターゲットおよびFe-Co合金ターゲットをターゲット載置台31、32上に配置した。なお、基板39としては実施例1と同様にSi(100)ウェハの上にSi〇2を500nmの厚さに成膜した基板39を用いた。

#### [0041]

真空容器  $30 \times 8 \times 10^{-5}$  Paまで予備排気後、真空容器 30 内の圧力が 0 . 4 PaになるようにArガスを流入した。シャッタ 37、 38 を閉めた状態で DC/RF電極 35、 36 を介して 300 WのRFパワーをPTFEターゲット およびFe-Co合金ターゲットに印加し、 5 分間の予備スパッタリングを行った。予備スパッタリング終了後、シャッタ 37、 38 を同時に開け、基板 39 に PTFEとFe Co合金を同時に集積させることによりグラニュラー構造の薄膜を形成した。なお、Fe Co合金の単層膜を形成したとするときの成膜速度は 0 . 08 n m/sec (0.8 Å/sec) であり、PTFEの単層膜を形成したとするときの成膜速度は 0 . 08 n m/sec (0.1 Å/sec) である。この条件下で、グラニュラー薄膜の厚さが 430 n mになるように 80 分間成膜を行った。

#### [0042]

得られたグラニュラー薄膜は、成膜速度から換算した強磁性金属粒子の体積比は88%、マトリックスの体積比は12%である。また、X線回折パターンからは平均粒径9nmのbcc構造の微細な強磁性金属粒子が形成されていることを確認した。

得られたグラニュラー薄膜について磁気的な特性を測定したところ、面内一軸磁気異方性が観察された。また、飽和磁化として $17.3 \, \mathrm{k} \, \mathrm{G} \, (1.73 \, \mathrm{T})$ 、保磁力として $5.80 \, \mathrm{e} \, (461.5 \, \mathrm{A/m})$ 、異方性磁界として $750 \, \mathrm{e} \, (5968.3 \, \mathrm{A/m})$  の値が得られた。共鳴周波数は測定限界の $2 \, \mathrm{GHz}$ を超えており、 $\mathrm{GHz}$ 領域で透磁率の実数部( $\mu$ ')が $200 \, \mathrm{UL}$ 、性能指数Q( $\mathrm{Q} = \mu$   $^{\prime} / \mu$ ")は $1 \, \mathrm{GHz}$ では $150 \, \mathrm{m}$ が得られた。また、電気抵抗率は $100 \, \mu \, \Omega$  c mである。

## [0043]

## ページ: 18/E

#### 【発明の効果】

以上説明したように、本願発明によれば、GHz帯域の高周波領域で高い透磁率を有し、かつ高い飽和磁化を有する高周波用磁性薄膜として用いることのできるグラニュラー物質およびグラニュラー薄膜が提供される。

## 【図面の簡単な説明】

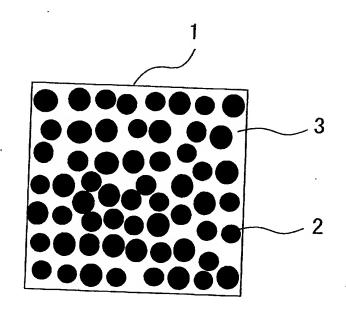
- 【図1】 本願発明によるグラニュラー物質の構造を模式的に示す図である
- 【図2】 本願発明によるグラニュラー薄膜を得るための装置の一例を模式的に示す図である。
- 【図3】 本願発明によるグラニュラー薄膜を得るための装置の他の例を模式的に示す図である。
  - 【図4】 集積化インダクタの一例を示す平面図である。
  - 【図5】 図4のA-A矢線断面図である。

### 【符号の説明】

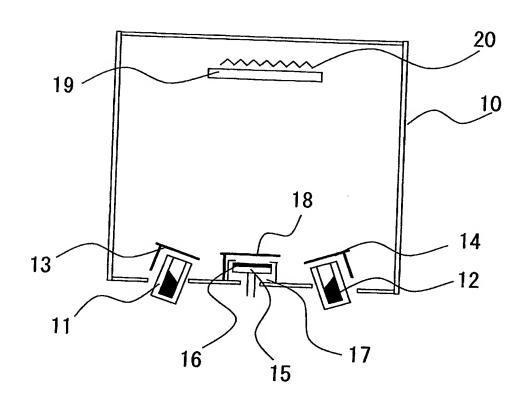
1…グラニュラー物質、2…強磁性金属粒子、3…マトリックス、10,30… 真空容器、11,12…有機物蒸発用セル、13,14,18,37,38…シャッタ、15,31,32…ターゲット載置台、16,33,34…ターゲット 、17,35,36…DC/RF電極、19,39…基板、20,40…ヒータ 【書類名】

図面

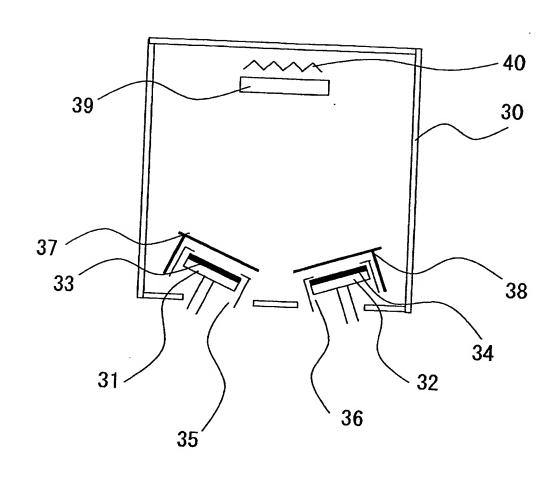
【図1】



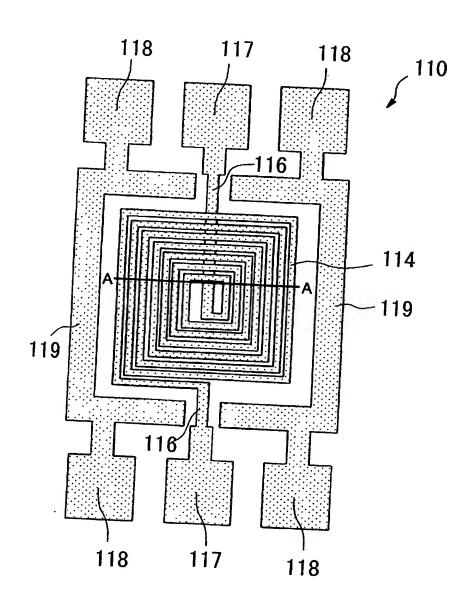
【図2】



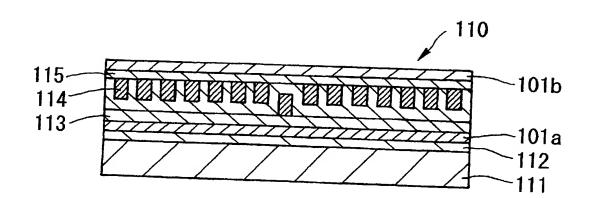
【図3】



【図4】



【図5】



ページ: 1/E

【書類名】 要約書

#### 【要約】

【課題】 GHz帯域の高周波領域で高い透磁率を有し、かつ高い飽和磁化を有する高周波用磁性薄膜として用いることのできるグラニュラー物質、特にグラニュラー薄膜の提供を課題とする。

【解決手段】 非磁性絶縁有機物材料からなるマトリックス 3 と、マトリックス 3 中に分散する平均粒径が 5 0 n m以下の強磁性金属粒子 2 とを含み、マトリックス 3 の体積比が 5  $\sim$  5 0 %であり軟磁気特性を有するグラニュラー物質 1 。このグラニュラー物質 1 は、膜状の形態を有する場合、 1 GH z における複素透磁率の実数部( $\mu$ ')が 5 0 以上で、かつ性能指数 Q ( $Q=\mu$ '/ $\mu$ ", $\mu$ ":複素透磁率の虚数部)が 5 以上、飽和磁化が 6 k G以上の特性を有する。

【選択図】 図1

特願2002-381917

# 出願人履歴情報

識別番号

[000003067]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所 氏 名

1990年 8月30日 新規登録

東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社

2. 変更年月日

[変更理由]

2003年 6月27日

名称変更

住 所

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

氏 名 TDK株式会社